

PCT

世界知的所有権機関  
国際事務局

特許協力条約に基づいて公開された国際出願



(51) 国際特許分類6 G02B 6/36	A1	(11) 国際公開番号 WO98/45739  (43) 国際公開日 1998年10月15日(15.10.98)
<p>(21) 国際出願番号 PCT/JP98/00381</p> <p>(22) 国際出願日 1998年1月30日(30.01.98)</p> <p>(30) 優先権データ 特願平9/88356 1997年4月7日(07.04.97)</p> <p>(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 日本電信電話株式会社(NIPPON TELEGRAPH AND TELEPHONE CORPORATION)[JP/JP] 〒163-19 東京都新宿区西新宿三丁目19番2号 Tokyo, (JP) 日本電気株式会社(NEC CORPORATION)[JP/JP] 〒108-01 東京都港区芝五丁目7番1号 Tokyo, (JP) 日本電気硝子株式会社 (NIPPON ELECTRIC GLASS CO., LTD.)(JP/JP) 〒520 滋賀県大津市晴嵐2丁目7番1号 Shiga, (JP)</p> <p>(72) 発明者: および</p> <p>(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ) 三田地成幸(MITACHI, Seiko)[JP/JP] 長瀬 亮(NAGASE, Ryo)[JP/JP] 竹内善明(TAKEUCHI, Yoshiaki)[JP/JP] 〒163-14 東京都新宿区西新宿三丁目20番2号 日本電信電話株式会社内 Tokyo, (JP) 田辺 尚(TANABE, Takashi)[JP/JP] 〒108-01 東京都港区芝五丁目7番1号 日本電気株式会社内 Tokyo, (JP)</p>	<p>坂本明彦(SAKAMOTO, Akihiko)[JP/JP] 竹内宏和(TAKEUCHI, Hirokazu)[JP/JP] 二宮正幸(NINOMIYA, Masayuki)[JP/JP] 稲田勝美(NADA, Katsumi)[JP/JP] 〒520 滋賀県大津市晴嵐2丁目7番1号 日本電気硝子株式会社内 Shiga, (JP)</p> <p>(74) 代理人 弁理士 後藤洋介, 外(GOTO, Yosuke et al.) 〒105 東京都港区西新橋1丁目4番10号 第三森ビル Tokyo, (JP)</p> <p>(81) 指定国 AU, JP, KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).</p> <p>添付公開書類 国際調査報告書</p>	
<p>(54)Title: FERRULE FOR OPTICAL FIBER CONNECTORS</p> <p>(54)発明の名称 光ファイバコネクタ用フェルルール</p> <p>(57) Abstract A ferrule for optical fiber connectors used for the maintenance of an optical communication network, which comprises crystallized glass having the composition of 60-70 wt.% of SiO<sub>2</sub>, 16-25 wt.% of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 1.5-3 wt.% of Li<sub>2</sub>O, 0.5-2.5 wt.% MgO, 1.3-4.5 wt.% of TiO<sub>2</sub>, 0.5-3 wt.% of ZrO<sub>2</sub>, 2-6.5 wt.% of TiO<sub>2</sub>+ZrO<sub>2</sub>, 1-5.5 wt.% of K<sub>2</sub>O, 0-7 wt.% of ZnO and 0-3 wt.% of BaO. This crystallized glass is produced by depositing β-spodumene solid solution of an average grain size of not more than 2 μm or 30-70 vol.% of β-quartz solid solution. This crystallized glass has a bend strength of not less than 200 MPa and a thermal expansion coefficient at -50 to 150 °C of -10~50×10<sup>-7</sup>/°C.</p> <div data-bbox="665 1218 1412 1659"></div>		

(57)要約

光通信網の整備に用いられる光ファイバコネクタ用フェルールを提供するために、この光ファイバコネクタ用フェルールは、重量百分率で $\text{SiO}_2$  60~70%,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  16~25%,  $\text{Li}_2\text{O}$  1.5~3%,  $\text{MgO}$  0.5~2.5%,  $\text{TiO}_2$  1.3~4.5%,  $\text{ZrO}_2$  0.5~3%,  $\text{TiO}_2 + \text{ZrO}_2$  2~6.5%,  $\text{K}_2\text{O}$  1~5.5%,  $\text{ZnO}$  0~7%,  $\text{BaO}$  0~3%の組成を有する結晶化ガラスからなる。この結晶化ガラスは、平均粒径が $2\mu\text{m}$ 以下の $\beta$ -スポジュメン固溶体又は $\beta$ -石英固溶体を30~70体積%析出してなる。さらに、この結晶化ガラスは、曲げ強度が200MPa以上、 $-50\sim 150^\circ\text{C}$ における熱膨張係数が $-10\sim 50\times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ の範囲にある。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AL	アルバニア	FI	フィンランド	LR	リベリア	SK	スロヴァキア
AM	アルメニア	FR	フランス	LS	レソト	SL	シエラ・レオネ
AT	オーストリア	GA	ガボン	LT	リトアニア	SN	セネガル
AU	オーストラリア	GB	英国	LU	ルクセンブルグ	SZ	スワジランド
AZ	アゼルバイジャン	GD	グレナダ	LV	ラトヴィア	TD	チャード
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	GE	グルジア	MC	モナコ	TG	トーゴ
BB	バルバドス	GH	ガーナ	MD	モルドヴァ	TJ	タジキスタン
BE	ベルギー	GM	ギンニア	MG	マダガスカル	TM	トルクメニスタン
BF	ブルキナ・ファソ	GN	ギニア・ビサウ	MK	マケドニア旧ユーゴスラヴィア	TR	トルコ
BG	ブルガリア	GW	ギニア・ビサウ		共和国	TT	トリニダード・トバゴ
BJ	ベナン	GR	ギリシャ	ML	マリ	UA	ウクライナ
BR	ブラジル	HR	クロアチア	MN	モンゴル	UG	ウガンダ
BY	ベラルーシ	HU	ハンガリー	MR	モーリタニア	US	米国
CA	カナダ	ID	インドネシア	MW	マラウイ	UZ	ウズベキスタン
CF	中央アフリカ	IE	アイルランド	MX	メキシコ	VN	ヴェトナム
CG	コンゴ	IL	イスラエル	NE	ニジェール	YU	ユーゴスラヴィア
CH	スイス	IS	アイスランド	NL	オランダ	ZW	ジンバブエ
CI	コートジボアール	IT	イタリア	NO	ノルウェー		
CM	カメルーン	JP	日本	NZ	ニュージーランド		
CN	中国	KE	ケニア	PL	ポーランド		
CU	キューバ	KG	キルギスタン	PT	ポルトガル		
CY	キプロス	KP	北朝鮮	RO	ルーマニア		
CZ	チェコ	KR	韓国	RU	ロシア		
DE	ドイツ	KZ	カザフスタン	SD	スーダン		
DK	デンマーク	LC	セントルシア	SE	スウェーデン		
EE	エストニア	LI	リヒテンシュタイン	SG	シンガポール		
ES	スペイン	LK	スリ・ランカ	SI	スロヴェニア		

## 明 細 書

## 光ファイバコネクタ用フェルール

技術分野

本発明は、光ファイバを接続する光ファイバコネクタに使用される光ファイバコネクタ用フェルールに関するものである。

背景技術

光通信に用いられるフェルールは、光ファイバコネクタの重要部品である。このフェルールは、石英ガラス製の光ファイバが挿入される貫通孔を有する円筒状部品である。光ファイバ同士の接続は、フェールの貫通孔に、光ファイバを挿入固定して先端を研磨した後、スリーブとよばれる外筒管に挿入し、他のフェールと突き合わせることによって行われる。このためフェールには、優れた寸法精度を有するのは勿論であるが、この他にも機械的強度が高いこと、スリーブへの挿抜時の摩擦に耐える高い耐磨耗性を有すること、先端を研磨する際に光ファイバとの被研磨量が大きく相違ないように石英ガラスに近い被研磨特性を示すこと、さらには熱膨張係数が石英ガラスに近いこと等の材質特性が要求される。これらの材質特性を満足し、かつ、安価に製造できるフェールを提供することが光通信網を整備する上での急務になっている。

現在、フェールとしては、ジルコニア、アルミナ等のセラミックス製のものや、非晶質ガラス製のものが使用されている。これらの内で、セラミックス製フェールは、機械的強度や耐磨耗性の面では優れるが、被研磨速度が石英ファイバに比べて著しく小さく、特殊な研磨方法を採用しなければならないこと、熱膨張係数が光ファイバに比べて非常に大きいため、温度変化による両者の寸法変化によって初期の接続損失が劣化し易いこと、さらに成形性や加工性が悪いため生産効率が低く、コスト高であるという欠点を有している。

これに対して、非晶質ガラス製フェールは、被研磨速度が石英ファイバに非常に近いために特殊な研磨方法を採用する必要がなく、研磨コストが低減できる

こと、成形性や加工性が良く安価な生産が可能である等の優れた点を有するが、機械的強度や耐摩耗性が不十分であるという欠点がある。

また、結晶化ガラスを用いたフェルールも提案されている。例えば、特公昭63-500684号公報には、フェルール材に $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系の結晶化ガラスを用いる技術が記載されている。この技術では、熱膨張係数が石英ファイバに近いフェルールが得られるものの、耐摩耗性、被研磨特性、及び加工性等については考慮されておらず、これらの特性について何ら知見を与えるものではない。また、特開平1-288803号公報には、 $\text{P}_2\text{O}_5-\text{CaO}$ 系結晶化ガラスからなる接続部品が開示されている。この技術によれば、加工性のよいフェルール材を得ることができるが、耐摩耗性、機械的強度等については考慮されていない。また、貫通孔を得るために、レーザーを用いるなど、コストアップ要因を含んでいる。

このように、光ファイバコネクタ用として求められる要件を全て満足するフェルールが存在しないのが現状である。

ところで、一般に、結晶化ガラスは、析出結晶とガラスマトリックスとの界面でのクラックの屈曲や分岐等によるエネルギーの吸収効果によって、非晶質ガラスよりも高い強度を有する。また、結晶化することで耐摩耗性を向上させたり、熱膨張係数の小さい材料を得ることも可能である。さらに結晶化ガラスは、非晶質ガラスと同様に量産に適した成形性を有するという長所がある。

従って、結晶化ガラスを使用すれば、従来のフェルール材料にはなかった優れた特性をもち、かつ、安価に製造できるフェルールを提供できる可能性がある。

しかし、上述のような結晶化ガラスの優れた特徴は、析出結晶の種類、大きさ、量によって著しく変化し、不適切な結晶化状態では逆にフェルールに必要な特性を得ることができない。

そこで、本発明の一目的は、機械的強度や耐摩耗性に優れた光ファイバコネクタ用フェルールを提供することにある。

また、本発明のもう一つの目的は、光ファイバに近い熱膨張係数と被研磨特性を有する光ファイバコネクタ用フェルールを提供することにある。

また、本発明のさらにもう一つの目的は、単一モード光ファイバの接続に用い

られるジルコニア製フェルールと同等の寸法精度を有する光ファイバコネクタ用フェルールを提供することにある。

さらに、本発明の他の目的は、ジルコニア製フェルールより安価に製造できる光ファイバコネクタ用フェルールを提供することにある。

### 発明の開示

本発明者等は、種々の研究を行った結果、ある特定の組成と性質を有する結晶化ガラスを用いることにより、要求される材質特性を全て満たし、かつ、安価に製造可能なフェルールが得られることを見いだした。

即ち、本発明の光ファイバコネクタ用フェルールは、重量百分率で、 $\text{SiO}_2$  60～70%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  16～25%、 $\text{Li}_2\text{O}$  1.5～3%、 $\text{MgO}$  0.5～2.5%、 $\text{TiO}_2$  1.3～4.5%、 $\text{ZrO}_2$  0.5～3%、 $\text{TiO}_2 + \text{ZrO}_2$  2～6.5%、 $\text{K}_2\text{O}$  1～5.5%、 $\text{ZnO}$  0～7%、 $\text{BaO}$  0～3%の組成を有し、平均粒径が $2\mu\text{m}$ 以下の $\beta$ -スポジューメン固溶体又は $\beta$ -石英固溶体を30～70体積%析出してなり、曲げ強度が200MPa以上で、 $-50\sim 150^\circ\text{C}$ における熱膨張係数が、 $-10\sim 50\times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ の範囲にある結晶化ガラスからなることを特徴とする。

### 図面の簡単な説明

第1図は本発明の実施例によるフェルールを示す断面図である。

第2図は第1図のフェルール外径に対する光ファイバのコアの偏心量の分布を示すグラフである。

第3図は第1図のフェルールを用いた場合の接続損失の分布を示すグラフである。

### 発明を実施するための最良の形態

本発明の実施例を述べる前に、本発明のフェルール材料を上記のように限定した理由について述べる。

本発明のフェルールにおいて、使用する結晶化ガラスの析出結晶量は30～7

0体積％、好ましくは、35～60体積％である。析出結晶量は、熱膨張係数や機械的強度にも影響を及ぼすが、特に耐摩耗性、被研磨特性及び成形性に著しい影響を及ぼす。即ち、結晶の析出量が30体積％未満であると耐摩耗性が不十分になり、ジルコニア製スリーブに対して繰り返し挿抜を行った場合にフェルールに傷が発生し、初期の接続特性を維持できなくなる。これに対し、30体積％以上の量の結晶が析出している場合には、耐摩耗性は著しく向上し、数百回におよぶ挿抜でも傷が発生しない。ところが、必要以上に多量の結晶が析出していると被研磨特性や成形性を悪化させることになる。即ち、70体積％より多くの結晶が析出すると、被研磨速度が石英ガラスに比べて小さくなり、両者の被研磨速度の差を軽減させるような特殊な研磨方法を必要とするためコスト高になる。さらに、そのように結晶性の強いガラスは成形時に失透が発生し易く、効率の高い生産を行うことが出来ない。

また、石英ガラス製の光ファイバの熱膨張係数は、 $5.5 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$  ( $-50 \sim 150^\circ\text{C}$ ) であり、一般のセラミックスや非晶質ガラスに比べて著しく小さいため、既存のフェルールを使用すると、温度変化によって両者の寸法が変化し、初期の接続特性が劣化し易い。これに対し、 $\beta$ -スポジュメン固溶体や $\beta$ -石英固溶体は極めて小さな熱膨張係数を有するため、これらの結晶を主結晶とする結晶化ガラスで作製した本発明のフェルールは熱膨張係数が小さく、上記問題を克服或いは軽減できる。

熱膨張係数は、結晶の析出量によって変化し、結晶量が30～70体積％では $-10 \sim 50 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$  ( $-50 \sim 150^\circ\text{C}$ ) の範囲となる。この範囲であればフェルール用途として使用可能であるが、特に $-5 \sim 35 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$  の熱膨張係数を有するように調整することが望ましい。

また、本発明において、結晶化ガラスの析出結晶の平均粒径は2  $\mu\text{m}$  以下、好ましくは1  $\mu\text{m}$  以下である。平均粒径が2  $\mu\text{m}$  以下であれば、200MPa以上の曲げ強度が得られ、かつ、フェルールとして十分な耐摩耗性を有する結晶化ガラスとなる。

尚、フェールの機械的強度に関しては、JIS C5415による同軸コネクタの引張強度の規格値である5kgの抗折力を確保するには、フェールの曲

げ強度が200MPa以上必要であると計算され、好ましくは250MPa以上必要である。そして結晶の平均粒径が2 $\mu$ m以下であれば、十分に高い機械的強度を得ることができ、このような要求を満たし得る。しかし、平均粒径が大きくなりすぎると、結晶とガラスマトリックスの熱膨張差によって、両者の界面での熱応力が大きくなり、マイクロクラックが生じて機械的強度が低下する。また平均粒径が大きすぎると耐摩耗性が劣化してしまう。

次に、本発明のフェルールに使用する結晶化ガラスの組成範囲を上記のように限定した理由について述べる。

SiO<sub>2</sub>は、ガラスの主たる構成成分であるとともに結晶成分でもあり、その含有率は60～70%、好ましくは62.3～67.5%である。SiO<sub>2</sub>が60%より少ないと結晶が粗大化し、70%より多いとガラス熔融時の融液の粘性が高くなり、不均質なガラスになってしまう。

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>も同様に結晶を構成する成分であり、その含有率は16～25%、好ましくは17～22%である。Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>が上記の範囲外であると析出結晶が粗大化し、また25%より多いとガラス熔融時に失透が発生し易くなる。

Li<sub>2</sub>Oも結晶構成成分であり、その含有率は1.5～3%、好ましくは2～2.8%である。Li<sub>2</sub>Oの含有量が1.5%より少ないと所望の結晶が析出し難くなり、耐摩耗性が著しく低下するとともに機械的強度や熱膨張特性も劣化する。また、3%より多いと結晶析出量が70体積%を越えるために被研磨特性が劣化するとともに、結晶が粗大化する。

MgOは、ガラスの熔融を促進するとともに結晶を構成する成分であり、その含有量は0.5～2.5%、好ましくは0.5～2%である。MgOの含有量が0.5%より少ないと異種結晶が析出して主結晶量が減少し易くなり、2.5%より多くなると結晶析出量が多くなりすぎるとともに結晶が粗大化する。

TiO<sub>2</sub>は、ガラスを結晶化させる際に核形成剤として働く必須成分であり、含有量は1.3～4.5%、好ましくは1.5～3.8%である。TiO<sub>2</sub>の含有量が1.3%より少ないと均一な構造の結晶化ガラスが得られなくなり、4.5%より多いとガラス熔融時に失透が発生する。

ZrO<sub>2</sub>もTiO<sub>2</sub>と同様に核形成剤として働く成分であり、含有量は0.5

～3%，好ましくは0.5～2.5%である。 $ZrO_2$ の含有量が0.5%より少ないと所望のサイズの結晶を得ることが困難になり、3%を越えるとガラス融液が失透しやすくなるとともに、析出結晶が粗大化する。

また、 $TiO_2$ と $ZrO_2$ の合計量は、2～6.5%，好ましくは2.5～6%の範囲になければならない。これらの成分の合計量が2%よりも少ないと核形成が不十分になり、異種結晶が析出し易くなるとともに結晶が粗大化し、6.5%よりも多くなるとガラス融液が著しく失透しやすくなる。

$K_2O$ は、異種結晶の析出を抑制し、また主結晶の量を制御するために用いられ、その含有量は、1～5.5%，好ましくは、1.5～4.8%である。 $K_2O$ の含有量が1%よりも少ないと異種結晶が析出して所望の特性が得られなくなったり、結晶量が多くなって被研磨性が劣化する。一方、5.5%より多いと結晶量が少なくなって耐摩耗性が著しく低下する。

$ZnO$ は、ガラスの溶融を促進するとともに均一性を高める成分であり、その含有量は0～7%，好ましくは1～5%である。 $ZnO$ の含有量が7%より多くなると異種結晶が析出して熱膨張係数が大きくなり過ぎる。

$BaO$ も $ZnO$ と同様にガラスの溶融を促進するとともに均一性を高める成分であり、その含有量は0～3%，好ましくは0.5～2.5%である。 $BaO$ の含有量が3%より多くなると異種結晶が析出し易くなる。

上記成分以外にも、ガラス溶融を容易にしたり、得られる結晶化ガラスの熱膨張係数を調整する目的で、 $SrO$ 、 $CaO$ 、 $Na_2O$ 、 $Bi_2O_3$ 、 $B_2O_3$ 、 $PbO$ から選ばれた成分を合計量で10%まで、結晶量や結晶粒径を調整するために $P_2O_5$ を5%まで添加することができる。また、ガラス溶融時の消澄剤として $As_2O_3$ 、 $Sb_2O_3$ 、 $SnO_2$ 等を、それぞれ2.5%まで、好ましくは、それぞれ1.5%まで加えることができる。

なお、本発明においては、フェルール表面に圧縮応力層を形成しておくことにより、曲げ強度を大幅に向上させることができる。

圧縮応力層は、例えば以下の方法で形成することができる。

①表面の $Li$ イオンをそれよりイオン半径の大きなイオンで置換（イオン交換）する。



②結晶化ガラスの歪点以上の温度から歪点以下の温度に急冷する。

③析出結晶の種類や量を調整してフェルールの内部よりも表面の熱膨張係数を小さくした後、冷却する。

それでは、本発明の実施例について説明する。

第1表乃至第3表は、本発明の実施例（試料No. 1～8）及び比較例（試料No. 9～15）をそれぞれ示している。

試料No. 1～11は次のようにして作製した。まず、表に示した組成が得られるよう適切に選択されたガラス原料を混合し、1650℃で24hr溶融したガラスを、直径60mm深さ1mのカーボン型の中に鋳込み、その後除冷を行った。得られたガラスを最高温度1100℃にて結晶化させた後、貫通孔を有する結晶化ガラス母材を作製した。さらに得られた結晶化ガラス母材の表面を研削して真円度を整えた後、加熱延伸加工することによって、第1図に示すような、貫通孔10を有し、直径2.5mm、長さ10.5mmの光ファイバコネクタ用フェルール1を得た。さらに試料No. 3, 4, 8, 及び11については、その表面にイオン交換処理を行い、また、試料No. 2, 6, 及び7については、急冷処理によって各々圧縮応力層を形成させた。なお、イオン交換処理は、400℃に保ったKNO<sub>3</sub>の溶融塩中に試料を浸し10時間保持して、結晶化ガラス中のLiイオンをKイオンで置換することにより行った。急冷処理は、300℃/分の速度でフェルールを1000℃から100℃に冷却することにより行った。

試料No. 12及び13には、現在使用されているジルコニア製フェルール及び非晶質ガラス製フェルールをそれぞれ用いた。

このようにして得られた各試料について、析出結晶、結晶の平均粒径、結晶量、曲げ強度、熱膨張係数、耐摩耗性及び被研磨特性を評価した。なお耐摩耗性以外の評価は、測定するのに適した形状にフェルール材を加工して行った。結果を各表に示す。

下記表から明らかなように、本発明の実施例である試料No. 1～8は、すべて200MPa以上の高い曲げ強度と、数100回の挿抜に耐える耐摩耗性を有し、従来の非結晶質ガラス製フェルール（試料No. 13）に比べて格段に性能が向上している。

第 1 表

試料No.		1	2	3	4	5
ガラス組成	SiO <sub>2</sub>	62.3	64.0	65.5	67.5	61.8
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	21.2	18.3	18.2	17.3	22.0
	Li <sub>2</sub> O	2.8	2.3	2.3	2.3	2.0
	MgO	1.0	1.0	1.0	0.7	1.8
	TiO <sub>2</sub>	1.8	1.8	3.0	3.1	3.8
	ZrO <sub>2</sub>	1.8	1.8	1.8	1.0	0.5
	K <sub>2</sub> O	1.5	3.4	3.4	3.4	2.3
	ZnO	5.0	3.1	3.1	1.3	1.0
	BaO	1.6	2.5	1.0	0.5	0.5
	SrO	—	—	—	1.5	—
	CaO	0.6	1.0	—	—	—
	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	—	—	—	0.1	—
	Na <sub>2</sub> O	—	—	—	0.5	—
	Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	—	—	—	1.5
	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	—	—	—	0.5
重量%	PbO	—	—	—	—	1.5
	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.4	0.8	0.7	—	—
	Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	—	—	0.8	—
	SnO <sub>2</sub>	—	—	—	—	0.8
圧縮応力層の有無		無	有	有	有	無
析出結晶の種類		S	S	S	Q	Q
結晶平均粒径 (μm)		2.0	1.5	0.5	0.2	0.3
結晶量 (体積%)		65	55	40	50	50
曲げ強度 (MPa)		300	500	550	500	280
熱膨張係数 (×10 <sup>-7</sup> /°C)		20	22	30	10	15
耐摩耗性 (回)		>500	350	>500	400	300
被研磨量差 (μm)		5	4	2	2	2

第 2 表

試料No.		6	7	8	9	10
ガラス組成	SiO <sub>2</sub>	66.4	64.2	65.3	71.0	60.0
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	19.2	18.2	18.2	13.0	25.0
	Li <sub>2</sub> O	2.3	2.5	2.4	4.5	4.2
	MgO	0.5	0.5	0.8	0.5	0.5
	TiO <sub>2</sub>	3.0	3.4	3.2	2.0	3.9
	ZrO <sub>2</sub>	1.8	2.0	1.8	1.8	1.0
	K <sub>2</sub> O	1.5	3.0	3.0	2.0	—
	ZnO	1.1	3.6	3.2	2.0	—
	BaO	1.0	1.3	1.3	1.9	2.0
	SrO	—	—	—	—	1.0
	CaO	0.5	—	—	—	1.0
	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1.5	—	—	—	—
	Na <sub>2</sub> O	—	—	—	—	—
	Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	0.5	0.2	—	—
	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	—	—	—	—
重量%	PbO	—	—	—	—	—
	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.2	0.8	—	1.3	1.4
	Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	—	—	—	—
	SnO <sub>2</sub>	—	—	0.6	—	—
圧縮応力層の有無		有	有	有	無	無
析出結晶の種類		Q	S	S	Q	S
結晶平均粒径 (μm)		1.2	0.5	0.5	3.0	7.0
結晶量 (体積%)		65	60	58	60	90
曲げ強度 (MPa)		480	620	600	150	180
熱膨張係数 (×10 <sup>-7</sup> /°C)		5	22	24	28	12
耐摩耗性 (回)		>500	>500	>500	60	80
被研磨量差 (μm)		4	4	4	4	30

第 3 表

	試料No.	1 1	1 2	1 3
ガラス組成	$\text{SiO}_2$	64.5	—	72.5
	$\text{Al}_2\text{O}_3$	20.0	—	6.5
	$\text{Li}_2\text{O}$	2.5	—	—
	$\text{MgO}$	0.5	—	—
	$\text{TiO}_2$	1.2	—	—
	$\text{ZrO}_2$	—	97	—
	$\text{K}_2\text{O}$	6.0	—	1.8
	$\text{ZnO}$	—	—	—
	$\text{BaO}$	—	—	1.2
	$\text{SrO}$	—	—	—
	$\text{CaO}$	—	—	0.7
重量%	$\text{P}_2\text{O}_5$	2.8	—	—
	$\text{Na}_2\text{O}$	—	—	5.9
	$\text{Bi}_2\text{O}_3$	—	—	—
	$\text{B}_2\text{O}_3$	—	—	11.3
	$\text{PbO}$	—	—	—
	$\text{As}_2\text{O}_3$	1.0	—	—
	$\text{Sb}_2\text{O}_3$	—	—	0.1
	$\text{SnO}_2$	1.5	—	—
	$\text{Y}_2\text{O}_3$	—	3	—
圧縮応力層の有無		有	無	無
析出結晶の種類		S	$\text{ZrO}_2$	—
結晶平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )		1.5	0.5	—
結晶量 (体積%)		20	100	—
曲げ強度 (MPa)		350	1350	120
熱膨張係数 ( $\times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ )		55	83	60
耐摩耗性 (回)		15	>500	10
被研磨量差 ( $\mu\text{m}$ )		2	50	-2

さらに、上記表から明らかな様に、熱膨張係数や石英ガラスとの被研磨量の差も、ジルコニア製フェルール（試料No. 12）に比べて大幅に改善されている。

一方、比較例の試料No. 9は、結晶が粗大化しているため、曲げ強度や耐摩耗性が低い。No. 10は析出結晶が粗大となって曲げ強度や耐摩耗性が低くなり、また結晶量が多すぎるために被研磨特性が劣化している。試料No. 11はイオン交換の効果によって高い曲げ強度を維持しているものの、結晶量が少なすぎるために耐摩耗性が非常に悪い。

なお、主結晶の同定及び結晶量の定量は粉末X線回折によって行った（表中のSは $\beta$ -スポジューメン固溶体を、Qは $\beta$ -石英固溶体を夫々示す）。結晶の平均粒径は走査型電子顕微鏡による測定値から算出した。曲げ強度は直径2.5mm、長さ36mmの大きさに加工した材料を用い、3点曲げ法で測定した。熱膨張係数はディラトメーターにて得られた熱膨張曲線から $-50 \sim 150^{\circ}\text{C}$ における平均値を求めた。耐摩耗性は、JIS C5961に基づき、ジルコニア製のスリーブに各試料を繰り返し挿抜き、傷が生じるまでの挿抜回数を求めた。なお傷の判定は触針式形状測定器によって行った。被研磨特性の評価は次のようにして行った。研磨剤として酸化セリウムを用い、フェルト製研磨パッドを周速50m/min. で回転させ、 $500\text{g}/\text{cm}^2$ の圧力をかけながら $20 \times 20 \times 2\text{mm}$ の大きさに加工した材料を30分間研磨し、厚みの変化量を測定した。また、同条件で石英ガラスを研磨して厚みの変化量を測定した。続いて両者の厚みの変化量の差を求め、この値を尺度とした。つまり、この差が小さいほど石英ガラスに類似した被研磨特性を有することになる。

次に、試料No. 3を光ファイバに取り付けて光コネクタを構成し、光学特性の評価を行った。光ファイバとしてモードフィールド径 $9.5\mu\text{m}$ の単一モードファイバコード、光コネクタとしてJIS C5973に規定されているSC形光コネクタを用いた。

まず、本発明による試料No. 3のフェルールにエポキシ接着剤（epoxy 353ND）を用いて前記光ファイバを接着し、端面をアドバンストPC研磨した。研磨したフェルール端面の形状は、通常のジルコニアフェルールと同等の表面粗さ、凸球面形状及びファイバ引き込み量が得られた。

研磨したフェルール15本について、フェルール外径に対するファイバのコアの偏心量を測定した。その結果を第2図に示す。第2図から明らかなように、フェルール外径に対するファイバのコアの偏心量は、平均 $0.76\mu\text{m}$ であり、通常のジルコニアフェルールを用いた場合に比較して遜色のない分布が得られた。

次に波長 $1.31\mu\text{m}$ のレーザ・ダイオード光源を用いて、組み立てた2個の光コネクタプラグを接続したときの接続損失を測定した。使用した光コードの長さは2mであり、試料を取り付けた端部の他の端部には通常のジルコニアフェルールによるSC形光コネクタを取り付け、光学特性の測定に供した。21通りの組合わせについて測定した結果を第3図に示す。第3図から明らかなように、平均の接続損失は $0.21\text{dB}$ 、最悪でも $0.5\text{dB}$ 以下であった。また、反射減衰量は全て $50\text{dB}$ 以上であった。これらの値は、高性能が要求される光通信網において十分実用に耐える特性である。以上、SCコネクタへの適用例について述べたが、この実施例は、本発明の適用範囲を限定するものではなく、SCコネクタ以外の光コネクタのフェルールにも適用可能であることは言うまでもない。

以上説明したように、本発明のフェルールは、機械的強度や耐摩耗性に優れ、石英ファイバに近い熱膨張係数と被研磨特性を有し、また単一モード光ファイバの接続に用いられるジルコニア製フェルールと同等の寸法精度を有する。

しかもジルコニア製フェルールより安価に製造できる。それゆえ光ファイバコネクタ用フェルールとして好適であり、光通信網の整備に寄与するものである。

#### 産業上の利用可能性

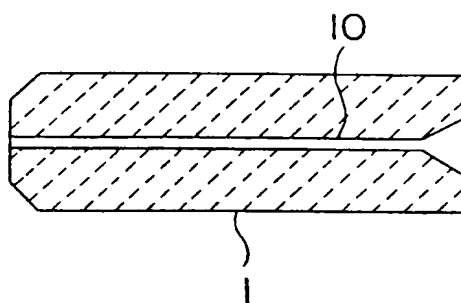
以上のように、本発明にかかる光ファイバコネクタ用フェルールは、SCコネクタやSCコネクタ以外の光通信網の整備に用いられる光コネクタのフェルールとして好適である。

## 請 求 の 範 囲

1. 重量百分率で $\text{SiO}_2$  60~70%,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  16~25%,  $\text{Li}_2\text{O}$  1.5~3%,  $\text{MgO}$  0.5~2.5%,  $\text{TiO}_2$  1.3~4.5%,  $\text{ZrO}_2$  0.5~3%,  $\text{TiO}_2 + \text{ZrO}_2$  2~6.5%,  $\text{K}_2\text{O}$  1~5.5%,  $\text{ZnO}$  0~7%,  $\text{BaO}$  0~3%の組成を有し、平均粒径が $2\mu\text{m}$ 以下の $\beta$ -スポジュメン固溶体又は $\beta$ -石英固溶体を30~70体積%析出してなり、曲げ強度が200MPa以上、 $-50\sim 150^\circ\text{C}$ における熱膨張係数が $-10\sim 50\times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ の範囲にある結晶化ガラスからなることを特徴とする光ファイバコネクタ用フェルール。

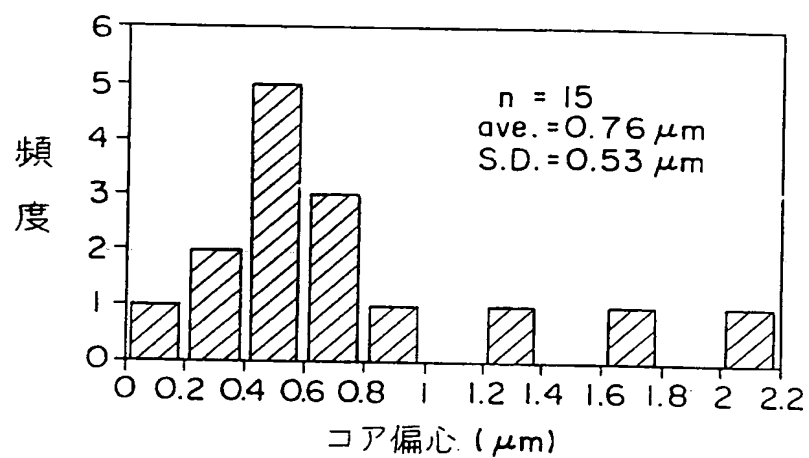
2. 請求項1記載の光ファイバコネクタ用フェルールにおいて、外表面に圧縮応力層が形成されてなることを特徴とする光ファイバコネクタ用フェルール。

第 1 図

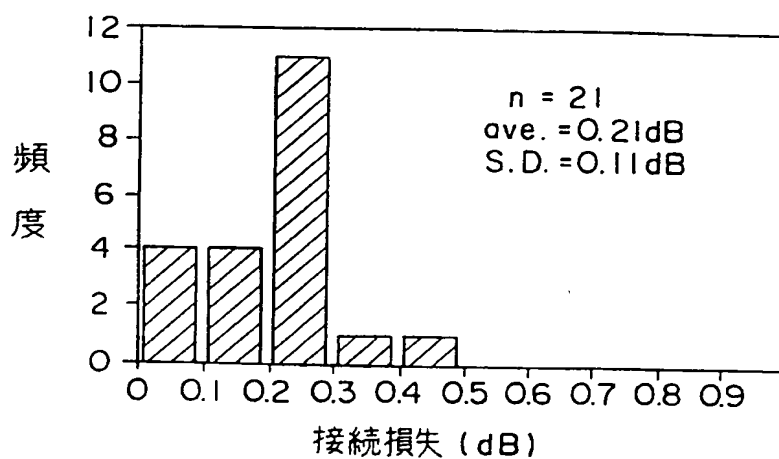




第 2 図



第 3 図



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP98/00381

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>6</sup> G02B6/36

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>6</sup> G02B6/36

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-1998  
 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-1998 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-1998

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP, 8-171030, A (Nippon Telegraph & Telephone Corp.), July 2, 1996 (02. 07. 96), Full text ; Figs. 1, 2, 5 (Family: none)	1, 2
A	JP, 63-500684, A (Amp Inc.), March 10, 1988 (10. 03. 88), Page 6, lower left column, line 16 to page 8, lower left column, line 25 ; Figs. 7 to 10 & WO, 87/01464, A1	1
A	JP, 1-288803, A (Katsuji Matsuura), November 21, 1989 (21. 11. 89), Full text ; Figs. 1, 2 (Family: none)	1
A	JP, 5-72441, A (NEC Corp.), March 26, 1993 (26. 03. 93), Full text ; Figs. 1 to 5 (Family: none)	2

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.
 ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

 Date of the actual completion of the international search  
 April 22, 1998 (22. 04. 98)

 Date of mailing of the international search report  
 May 12, 1998 (12. 05. 98)

 Name and mailing address of the ISA/  
 Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## 国際調査報告

国際出願番号 PCT/J P 98/00381

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))		
Int. Cl <sup>6</sup> G 02 B 6 / 3 6		
B. 調査を行った分野		
調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))		
Int. Cl <sup>6</sup> G 02 B 6 / 3 6		
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの		
日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-1998年 日本国登録実用新案公報 1994-1998年 日本国実用新案登録公報 1996-1998年		
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	J P, 8-171030, A (日本電信電話株式会社) 2. 7月. 1996 (02. 07. 96) 全文, 第1-2, 5図 (ファミリーなし)	1, 2
A	J P, 63-500684, A (アンプ・インコーポレイテッド) 10. 3月. 1988 (10. 03. 88) 第6頁左下欄第16行~第8頁左下欄第25行, 第7-10図 & WO, 87/01464, A1	1
A	J P, 1-288803, A (松浦 克治) 21. 11月. 1989 (21. 11. 89) 全文, 第1-2図 (ファミリーなし)	1
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 先行文献ではあるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行 □若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願 の日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日	22. 04. 98	国際調査報告の発送日
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) ... 2 K 7805 服部 秀男 印 電話番号 03-3581-1101 内線 3255

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	J P, 5-72441, A (日本電気株式会社) 26. 3月. 1993 (26. 03. 93) 全文, 第1-5図 (ファミリーなし)	2